

(2,000円)

②特願昭 46-39816 ⑪特開昭 48-5767

⑬ 公開昭48.(1973) 1.24 (全3頁)

審査請求 無

特許願(2)

昭和46年6月8日

特許庁長官殿

1. 発明の名前

2,6-ジメタルナフタレンの精製法

2. 著明者

山口県岩国市越町1丁目6の5 ウラヤマカノリ  
（ほか4名）

3. 特許出願人 大阪市北区梅田1番地  
(300) 市人株式会社  
代表者 大里吾三

4. 代理人 東京都千代田区内幸町2丁目1番1号

(飯野ビル)  
市人株式会社  
(6572) 代理士 佐藤弘  
直紀免 (300) 4481 高山勇

5. 依附書類の目録

(1) 図  
(2) 案



明細書

1. 発明の名前

2,6-ジメタルナフタレンの精製法

2. 特許請求の範囲

2,6-ジメタルナフタレンを含む混合ナフタレン類を炭素数9以下の芳香族炭化水素により処理することを特徴とする2,6-ジメタルナフタレンの精製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は2,6-ジメタルナフタレンの精製方法に関する。更に詳しくは、ジメタルナフタレン混合物より2,6-ジメタルナフタレンを分離精製する方法に関する。

従来、2,6-ジメタルナフタレンを酸化して得られるナフタレン-2,6-ジカルボン酸は、それとエテレングリコールとより得られるポリエスチルが優れた性質を有するので、これを得る方法は重要である。

2,6-ジメタルナフタレンを得る方法として

府内整理番号

7169 44

⑫日本分類

16 D411

⑯日本特許庁

公開特許公報

は、従来は石炭から採取する方法が行なわれているが、採取物中には結晶性の2,6-ジメタルナフタレン及び2,7-ジメタルナフタレンが混入せられており分離されているために高純度の2,6-ジメタルナフタレンを分離することは困難であった。そのため、たとえばジメタルナフタレン類を水溶してその水溶液を加熱して濃縮し脱水して2,6-ジメタルナフタレンを得る方法がある。しかし、この方法によつても、純度の高い目的物を収量よく得ることができない。

本発明者は、高純度の2,6-ジメタルナフタレンを得る方法について、精製媒体として炭素数9以下の芳香族炭化水素を用いて混合ナフタレンを処理すれば効率良く目的を達することができるこを見出し本発明方法に到達した。

即ち、本発明は2,6-ジメタルナフタレンを含む混合ナフタレン類を、炭素数9以下の芳香族炭化水素により処理することを特徴とする2,6-ジメタルナフタレンの精製方法である。

本発明方法で処理される混合ナフタレン類は、

特開 昭68-5767 (2)

例えば、 $1,5$ -ジメチルナフタレン及び/又は $1,6$ -ジメチルナフタレンを主なナフタレン成分とするナフタレン類を異性化することによつて得られる。

異性化反応の原料となるナフタレン類は、 $1,5$ -ジメチルナフタレン及び/又は $1,6$ -ジメチルナフタレンが $50$ モル%以上で、しかも $1,5$ -ジメチルナフタレン、 $1,6$ -ジメチルナフタレン、 $2,6$ -ジメチルナフタレン以外のジメチルナフタレン含有量が $10$ モル%以下であり、モノメチルナフタレン、ボリメチルナフタレン含有量が $20$ モル%以下であるようなナフタレン混合物が好ましい。この異性化反応の原料は、モノメチルナフタレン及びボリメチルナフタレンが多すぎると、異性化反応生成物中に $2,7$ -ジメチルナフタレンが多く含まれてくるので好ましくない。したがつてモノメチルナフタレン及びボリメチルナフタレンの含量を少くするため異性化反応前又は反応後に蒸留によつてこれらをできるだけ除いておく方がよい。

- 5 -

シ、メンテレン、クメン等である。これらは單離で用いてもよく、混合して用いてもよい。特に好ましいのは $\alpha$ -キシレンである。

本発明方法の混合ナフタレン類の処理は、(1)混合ナフタレン類を前記芳香族炭化水素に部分的に又は全部溶解させ、次いで冷却し析出する $2,6$ -ジメチルナフタレンを分離する方法。<sup>(2) 前記芳香族炭化水素で洗浄し</sup>混合ナフタレン<sup>2,6</sup>-ジメチルナフタレン以外のナフタレン類を溶解除去する方法によつて行われる。これら(1)(2)の方法は組合せで行なつてもよい。再結晶法の加熱温度は、該混合ナフタレン類の一割又は全部が溶解する程度であれば良く、特に制限はないが再結晶後の冷却分離や洗浄処理は $35$ ℃以下、好ましくは $25$ ~ $0$ ℃で行なうことが好ましい。処理は、上記露點範囲内であれば一定露点下で処理を行なつてもよく、又露点勾配を持たせて行なつてもよいが一般には一定露点下で行なう方が好ましい。

(1)の再結晶法、(2)の洗浄法において結晶を分離するに尤つては、固液分離の任意の方法が

本発明方法により処理される混合ナフタレン類は、 $2,6$ -ジメチルナフタレンを $50$ ~ $90$ モル%含有他のナフタレン類として、 $3,6$ -ジメチルナフタレン $1$ ~ $65$ モル%、 $1,5$ -ジメチルナフタレン $1$ ~ $25$ モル%、 $2,7$ -ジメチルナフタレン $0$ ~ $5$ モル%、その他のボリメチルナフタレン及び/又はモノアルキルナフタレン $0$ ~ $20$ モル%を含んでいいるものが好ましい。特に $2,7$ -ジメチルナフタレンの含量が $5$ モル%以下であるのが望ましい。 $2,7$ -ジメチルナフタレンは、本発明で目的とする $2,6$ -ジメチルナフタレンと本発明で用いられる精製媒体に対する相溶度が近似しているため原料中に多量含有されていると、得られた $2,6$ -ジメチルナフタレン中に不純物として残存するからである。

本発明方法において、混合ナフタレン類を処理するのに用いる芳香族炭化水素は、炭素数が $4$ 以下のものであり、具体的には例えばベンゼン、トルエン、 $\alpha$ -キシレン、 $\beta$ -キシレン、 $\gamma$ -キシレン、エチルベンゼン、ブソイドタメ

- 4 -

用いられ、例えば<sup>新規考査候補炭化水素で洗浄し</sup>分離、減圧昇温、加压昇温のいずれの方法でも採用し得る。

芳香族炭化水素の使用量は、処理される混合ナフタレン類に対して、 $0.1$ ~ $1.0$ 重量倍、好ましくは $0.5$ ~ $2.5$ 重量倍である。前記使用量の範囲において芳香族炭化水素は分割して用いよい。

本発明方法による処理は固分式で行つてもよく、連続式で行つてもよい。

本発明方法による処理は、組成が

$2,6$ -ジメチルナフタレン

$70$ モル%以上

$1,6$ -ジメチルナフタレン

$20$ モル%以下

$1,5$ -ジメチルナフタレン

$10$ モル%以下

$2,7$ -ジメチルナフタレン

$1$ モル%以下

その他のボリメチルナフタレン

及び/又はモノアルキルナフタレン

}  $5$ モル%以下

- 6 -

であるような混合ナフタレン類に適用すると、  
2,6-ジメチルナフタレンの純度率もよく、純度の高いものが、られ効果が大きい。

以上述べたように本発明方法によれば、1,5-ジメチルナフタレン及び/又は1,6-ジメチルナフタレンの異性化反応により得られた反応物中より効率良く目的物である2,6-ジメチルナフタレンを分離することができる。以下に実施例をあげて本発明について詳述する。実施例中の「部」は「重量部」、「%」は「重量%」である。

#### 実施例1～4

2,6-ジメチルナフタレン	4.5部
1,6-ジメチルナフタレン	4.4部
1,5-ジメチルナフタレン	5部
2,7-ジメチルナフタレン	2部
1,8-ジメチルナフタレン	2部
メチルナフタレン	2部
トリメチルナフタレン	2部

より成る混合ナフタレン類100部に下記の各

- 7 -

結晶をガスクロマトグラフにより分析し、結果を第2表に示した。

#### 第 2 表

実施例	ローキシレンの量	得られた結晶(部)	純度(2,6-ジメチルナフタレンの%)
5	0.8重量倍	7.5	94.5
6	1.0重量倍	7.2	94.5
7	2.0重量倍	6.7	94.1

#### 実施例8～9

2,6-ジメチルナフタレン 7.7部  
1,6-ジメチルナフタレン 1.6部  
1,5-ジメチルナフタレン 7部  
から成る結晶100部に、ローキシレン100部を追加混合し、第3表に示した量で結晶を加圧昇別した。得られた結晶をガスクロマトグラフで分析し、その結果を第3表に示した。

#### 第 3 表

実施例	沪別量	得られた結晶(部)	純度(2,6-ジメチルナフタレンの%)
8	-2	7.2	94.5
9	1.5	6.5	94.5

特開昭48-5767 (6)  
複数の芳香族炭化水素溶剤100部を加えて60  
じで混合槽解後、約50分を経て10℃まで  
冷却し、析出して来る結晶を冷・加圧昇別した。  
得られた結晶をガスクロマトグラフにより分析  
した。その結果を第1表に示した。

#### 第 1 表

実施例	溶 剤	得られた結晶(部)	純度(2,6-ジメチルナフタレンの%)
1	ローキシレン	5.4	94.5
2	トルエン	5.6	94.0
3	ベンゼン	5.9	94.0
4	ブソイドターメン	5.5	94.2

#### 実施例5～8

2,6-ジメチルナフタレン 8.1部  
1,6-ジメチルナフタレン 1.1部  
1,5-ジメチルナフタレン 6部  
メチルナフタレン 1部  
トリメチルナフタレン 1部  
から成る結晶100部に、ローキシレンを第2  
表に示した量を加し、10℃において混合槽解  
後、結晶を遠心分離により分離した。得られた

- 8 -

#### 6.前記以外の発明者

イワキエンガラマツ 山口県岩国市尾津町1丁目2804	岡 内	イサオ 原
タリス 山口県岩国市尾津町1丁目2807	内 橋	レバカ 文
カワサキアキ 山口県岩国市尾津町1丁目2801	川 崎	アキ 彰
ヤマザキ 山口県岩国市山手町3丁目1040	山 島	武 易